

SERVICE DE RECHERCHES METALLURGIQUES
APPLIQUEES.

ELIMINATION DES HETEROGENEITES DE
COULEE PAR TRAITEMENT THERMIQUE A HAUTE TEMPERATURE
SUR UN ALLIAGE AUSTENITIQUE STABILISE AU TITANE,
INFLUENCE SUR LA MICROSTRUCTURE

Jacques DECOURS (1)
Robert CADALBERT (1)
Habib SIDHOM (2)

25. Colloquium on metallurgy
Saclay, France - 23 - 25 June 1982
CEA-CONF-- 6283

(1) Agents C.E.A.
(2) Stagiaire C.E.A.

RESUME

ELIMINATION DES HETEROGENEITES DE
COULEE PAR TRAITEMENT THERMIQUE A HAUTE TEMPERATURE
SUR UN ALLIAGE AUSTENITIQUE STABILISE AU TITANE,
INFLUENCE SUR LA MICROSTRUCTURE

Jacques DECOURS
Robert CADALBERT
Habib SIDHOM

L'observation microstructurale sur une coupe longitudinale d'aciers inoxydables montre très souvent la présence d'une structure "veinée" traduisant un restant de ségrégation dû à la solidification du lingot. Cette hétérogénéité de coulée peut être éliminée par des traitements à haute température.

Cette étude montre l'évolution de la structure et de l'état de solubilisation produits par ces traitements à haute température et l'influence d'un élément stabilisant tel que le titane sur les alliages Z6CNDT17.13. et Z10CNDT15.15B, comparés à l'alliage Z6CND 17.13.

Nous montrons également qu'un traitement à haute température effectué sur ces alliages stabilisés modifie profondément la cinétique de recristallisation.

I - INTRODUCTION

L'observation microstructurale d'une coupe longitudinale d'aciers inoxydables austénitiques montre très souvent la présence d'une structure "veinée". Cette structure, d'une autre nature que le fibrage, est orientée dans le sens de la déformation et est plus ou moins marquée suivant les conditions dans lesquelles a été effectué le corroyage.

On se propose, au cours de cette étude de déterminer l'origine de ce veinage et les conditions de traitements thermiques permettant de l'éliminer. On appréciera ensuite l'influence que peut avoir ces traitements sur la microstructure et sur la cinétique de recristallisation d'alliages austénitiques du type 17.13 ou 15.15, en présence ou non d'un élément stabilisant comme le titane.

II - ORIGINE ET CARACTERISATION DE LA STRUCTURE "VEINEE"

II.1 - CARACTERISATION PAR MICROSCOPIE OPTIQUE.

Une attaque métallographique sur une coupe longitudinale révèle donc au microscope optique sur des alliages austénitiques, une structure veinée comme le montre la figure 1. Lorsque l'examen est effectué dans le sens transversal, le veinage apparaît comme un granulé, gênant considérablement l'examen (figure 2).

Cette structure peut être observée sur tous les aciers austénitiques. L'espacement moyen entre les veines dépend de son taux de déformation (corroyage et écrouissage). Dans certains cas, le veinage est très peu prononcé sinon inexistant.

Dans de nombreux cas, une taille de grains différente est associée aux veines de teintes différentes, ainsi qu'une répartition différente de précipités (figure 5).

.../...

II.2. - ANALYSE A LA MICROSONDE.

Nous avons tenté de relier le veinage à une hétérogénéité chimique par microanalyse X sur des échantillons présentant une structure veinée de morphologie différente. La microanalyse a porté sur le chrome, le nickel, le molybdène, le silicium, le manganèse, le cuivre et le titane, dans les trois alliages suivants : Z4CND17.13, Z4CNDT17.13 et Z4CND17.13Si (1).

Deux types de mesures ont été utilisés :

- Le faisceau d'électrons étant fixe, les mesures sont effectuées point par point tous les 25 microns, par déplacement de l'échantillon perpendiculairement aux lignes de veinage.

- Le faisceau étant fixe, l'échantillon se déplace mécaniquement sous le faisceau, selon une droite perpendiculaire à la ligne de veinage.

Dans les deux cas, les courbes de concentration $C\% = f(d\mu)$ sont enregistrées directement.

Le tableau 1 montre à titre d'exemple pour l'alliage Z4CND17.13Si les différences de composition existant sur les lignes de veinage (partie sombre et entre les lignes de veinage (partie claire)).

	Fe	Cr	Ni	Si	Mo
Composition nominale	65	16,75	12,05	2,9	2,4
Sur les lignes de veinage	62,6	15,8	14,9	3	3,2
Entre les lignes de veinage	66,5	16,2	11,2	2,7	2,2
Différence absolue	3,9	0,4	3,7	0,3	1
Différence relative %	6	2,5	33	10	45

TABLEAU 1

Nous avons effectué sur ce même alliage, une série de traitements thermiques à haute température entre 1100°C et 1300°C. Le veinage disparaît pour des temps longs au-dessus de 1150°C et pour des temps courts au-delà de 1200°C. Un traitement de 1 heure à 1200°C provoque une très nette homogénéisation : Le Cr, le Mo et le Si sont pratiquement constant ; seul le Nickel fluctue légèrement. Lorsque les traces de veinage n'apparaissent pas à l'examen micrographique la microanalyse X ne décèle pratiquement plus d'hétérogénéité chimique.

On note les mêmes variations de composition chimique pour les deux autres alliages. Cependant, il est difficile de déceler une variation de la teneur en titane. En effet, la sensibilité de la mesure est de l'ordre de la variation de la teneur en titane.

II.3. - DISCUSSION

La microanalyse X montre que le phénomène de veinage observé par examen métallographique correspond à une hétérogénéité chimique. Cette hétérogénéité a pris naissance au moment de la solidification dendritique du lingot, ce qui traduit un restant de ségrégation mineur non homogénéisé par le corroyage. Lorsque le corroyage est effectué à haute température, dépendant de la composition, l'alliage est parfaitement homogène. Si ce dernier est fait à trop basse température, une hétérogénéité subsiste et produit la structure veinée que certains appellent également structure r' bannée. (2)

La présence de la structure veinée mise en évidence par attaque métallographique montre une hétérogénéité chimique à l'échelle microscopique, même si la finesse du faisceau utilisé en microanalyse X ne permet pas de la mettre en évidence. Inversement, si l'attaque métallographique ne met pas en évidence le veinage, la microanalyse X montre une parfaite homogénéité. Le veinage, s'il n'est pas éliminé, subsiste ensuite au cours des traitements thermomécaniques.

Un traitement à haute température pendant le corroyage ou après le corroyage, élimine ces hétérogénéités chimiques, mais produit une modification importante de la structure et de la cinétique de recristallisation dans le cas où ces alliages sont stabilisés au titane.

III - INFLUENCE DES TRAITEMENTS A HAUTE TEMPERATURE SUR LES TRAITEMENTS THERMO-DYNAMIQUES.

Pour mettre en évidence cette influence, nous avons choisi trois alliages austénitiques :

l'un, non stabilisé le Z4CND17.13

les deux autres stabilisés au titane le Z4 CNDT17.13

le Z10 CNDT 15.15.Ti

Les traitements à hautes températures ont été effectués à 1300°C pendant 1 heure, suivi d'un refroidissement à vitesse supérieure à 150°/min⁻¹. A titre de comparaison, nous avons fait la même étude sur des échantillons hypertrempés dans les conditions dites "normales" (1050°C pour le Z4CNDT17.13 et 1100°C pour les deux autres).

Chacun des échantillons ont été soumis à une déformation de 20 % à froid par étirage, suivie d'une hypertrempe comprise entre 900° et 1150°C pendant 5 minutes.

Les résultats des mesures de dureté montrent, outre la suppression du veinage à 1300°C, que (figures 6 à 8) :

- aucune modification n'intervient au cours des traitements thermo-mécaniques pour l'alliage Z4CND17.13 quelle que soit la température préalable de traitement étudiée. Le résultat est identique pour les alliages stabilisés au titane, lorsqu'ils subissent un traitement d'hypertrempe dans les conditions normales (1100°C).

- un retard important de la température de recristallisation (entre 100 et 200°C) se produit pour les alliages stabilisés au titane pour un séjour prolongé à 1300°C. Ce retard est d'autant plus important que l'alliage contient des éléments tels que le carbone, le titane et l'azote en quantité plus importante.

IV - INFLUENCE DES TRAITEMENTS A HAUTES TEMPERATURES SUR LA CINETIQUE DE RECRISTALLISATION DES ALLIAGES STABILISES AU TITANE.

Pour expliquer ce retard à la recristallisation rencontré sur les alliages stabilisés au titane, nous avons choisi comme exemple l'alliage Z10CNDT15.15B et nous avons caractérisé les modifications obtenues par ces séjours à haute température à 1100° (15 minutes), 1200° (15 minutes) et 1300°C (1 heure).

.../...

IV.1. - MODIFICATIONS STRUCTURALES

IV.1.1. - Effet sur la taille du grain

La figure 9 montre l'évolution de la taille du grain en fonction de la température de traitement comparé à l'alliage Z4CND17.13.

La taille du grain augmente avec la température de traitement pour ces deux alliages, mais cette croissance est plus faible pour l'alliage stabilisé au titane, pour une même température de traitement. On retrouve là des résultats connus : ce sont les éléments d'addition qui assurent le contrôle du grossissement des grains, en bloquant les joints lors du chauffage (figures 10 et 11).

IV.1.2. - Effet sur la mise en solution

La figure 12 montre l'évolution du paramètre cristallin mesuré par analyse au RX, permettant de suivre l'évolution de l'état de solubilisation du matériau en fonction de la température de traitement.

Pour l'alliage Z10CNDT15.15B, la solubilisation est d'autant plus importante que la température de traitement est plus élevée. Cette augmentation de la solubilisation est importante entre 1100°C et 1200°C. Pour l'alliage Z4CND17.13, on ne note pas d'augmentation significative, ce qui montre que la solubilisation est quasi-complète dès 1050°C.

IV.2. - MODIFICATION DE LA CINÉTIQUE DE RECRISTALLISATION.

La cinétique de recristallisation a été étudiée par dureté et par diffraction X, en suivant l'évolution de la largeur de raie de diffraction (figures 13 et 14).

On remarque que la recristallisation est achevée à 950°C, pour un traitement préalable de 1100°C ; elle est achevée à 1050°C pour un traitement préalable de 1200°C ; elle n'est pas achevée à 1150°C pour un traitement préalable de 1300°C.

IV.2.1. - Relation entre précipitation et recristallisation.

Les différentes études faites par microscopie électronique de la précipitation montrent que le retard à la recristallisation s'explique par une fine précipitation de carbonitride du titane par des dislocations.

La méthode d'analyse par diffraction X, permettant facilement de caractériser quantitativement le degré de précipitation à partir de la variation du paramètre, on peut donc facilement établir la corrélation qui existe entre le degré de précipitation (Δa) et le niveau de recristallisation, caractérisé par la variation de largeur intégrale (ΔLI).

La figure 15 montre bien que le degré de précipitation au cours de traitements à 900°C et 1150°C varie en raison inverse du niveau de recristallisation.

Le traitement suivant montre bien, pour une température de recuit de 1000°C, que la précipitation entraîne un retard à la recristallisation.

Mise en solution initiale	Précipitation (Δa)	Recristallisation (ΔLI)
1100°C	4.10^{-4} A° faible	1,36 degré total
1200°C	23.10^{-4} A° forte	0,51 degré partiel
1300°C	29.10^{-4} A° forte	0,45 degré partiel

II.2.2. - Influence de la taille du grain

Si l'on compare les figures 9 et 13, on remarque que, pour des traitements thermiques préalables de 1200°C ou 1300°C, l'alliage à grain le plus gros recristallisé à la température la plus basse ; inversement, l'alliage à grains fins montre un retard important à la recristallisation. Ces résultats sont contraires à ce que l'on attend d'ordinaire : en effet, d'une manière générale, la recristallisation d'un alliage à gros grains, toutes choses égales par ailleurs (en particulier, le taux d'érouissage et la température d'hypertrempe) se produit à plus hautes températures qu'un alliage à grains fins).

.../...

Dans les aciers inoxydables austénitiques stabilisés au titane, la taille du grain n'est pas un élément prépondérant dans la cinétique de recristallisation.

IV.2.3. - Effet de l'écroissage

Si pour un écroissage de 20 %, le retard à la recristallisation est très marqué, il était important de vérifier l'influence du degré d'écroissage.

Nous avons fait les mêmes expériences, mais avec des taux d'écroissage de 40 % et 60 %, en suivant par dureté la cinétique de recristallisation (figures 16 et 17).

Les résultats obtenus, comparés à ceux de la figure 13 montre que le retard à la recristallisation devient de moins en moins important lorsque le taux d'écroissage augmente. Pour un taux d'écroissage de 60 %, on ne note pratiquement plus de différences dans la température de recristallisation quelle que soit la température préalable de traitement thermique.

Deux mécanismes rentrent alors en compétition : plus la déformation à froid est importante, plus la densité de dislocation est élevée ; par contre le degré de précipitation reste quasi constant pour des conditions de recuit identiques, quelque soit le taux d'écroissage. Il reste suffisamment de dislocations libres pour que la recristallisation se passe sans retard.

V - CONCLUSIONS.

L'ensemble des résultats acquis au cours de cette étude nous permet de tirer un certain nombre de conclusions.

- La structure "veinée" mis en évidence par attaque métallographique révèle la présence d'une hétérogénéité chimique. Elle traduit un restant de ségrégation due à la structure dendritique de solidification qui n'a pas été éliminé au cours du travail à chaud. Elle semble présente dans tous les aciers inoxydables austénitiques qui n'ont pas subi une déformation à chaud à assez haute température.

- Ce veinage peut être éliminé par un séjour à haute température dont les conditions vont dépendre de la composition de l'alliage.

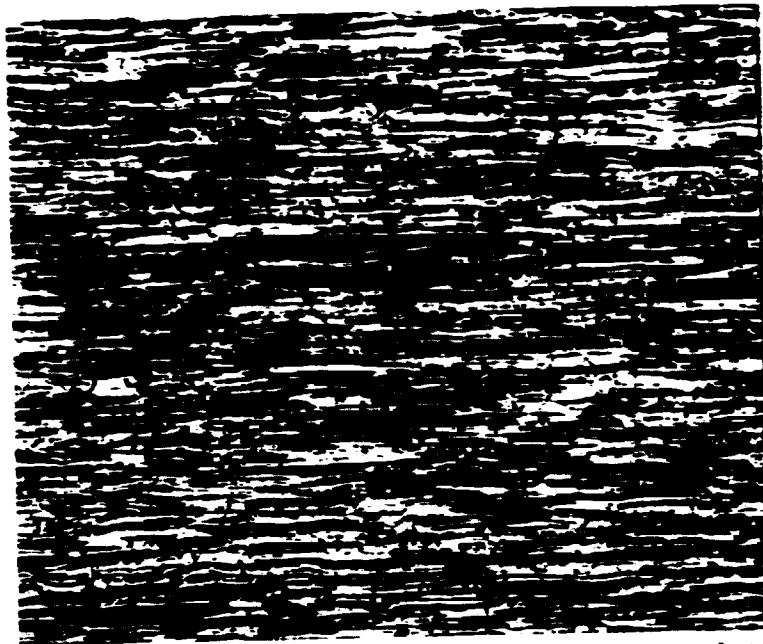
- Ces séjours à haute température ont pour effet de modifier l'état physico-chimique des alliages possédant des éléments précipitant à haute température (Ti, C, N...) : mise en solution décelée par RX plus complète. Aucune modification physico-chimique n'intervient sur les alliages ne possédant pas ces éléments.

- Cette modification entraîne dans les alliages stabilisés au titane un retard de la recristallisation d'autant plus important que la température de mise en solution est élevée. Cet effet est dû à un blocage des dislocations par précipitation des éléments tels que Ti, C, N ... Par contre, le retard de la recristallisation diminue lorsque le taux d'écroutissage augmente. Dans ce cas, la densité de dislocation libre est suffisante pour que la recristallisation ait lieu sans retard.

REFERENCES

M.J. DELEURY, D. GUTTMANN, A. KARIMI, D. LAURENT

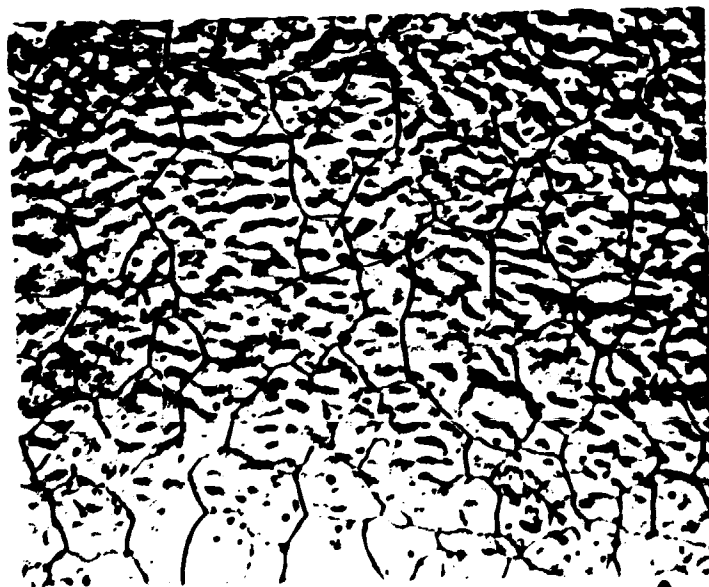
**Communication présentée aux 18^{ème} journées des aciers spéciaux
Maizières-Les-Metz (16.18 Mai 1979).**



vue longitudinale

x 100

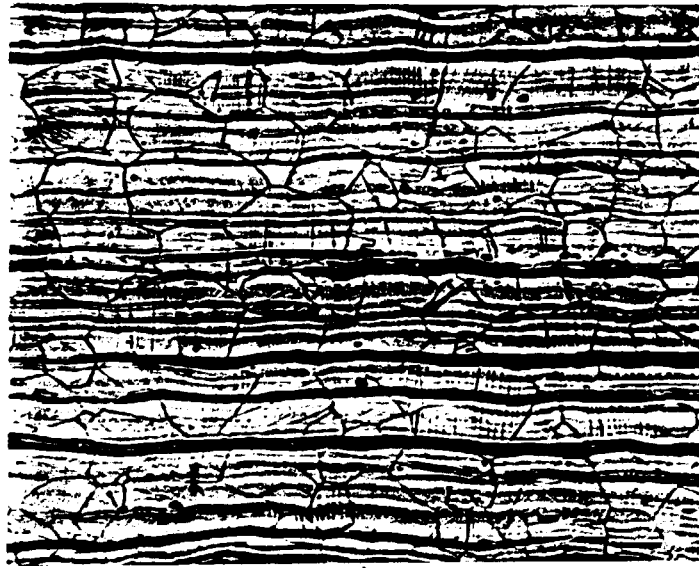
Figure 1. Alliage Z4 CND 17.13, ayant subi un laminage de 15 à 1100°C.



vue transversale.

x 200

Figure 2 Alliage Z4 CND 17.13, ayant subi un laminage de 20 et une trempe à froid.



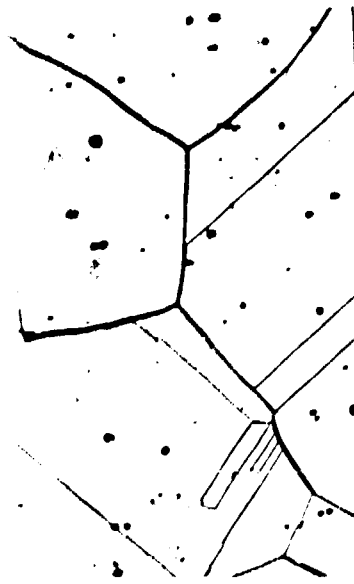
Mur longitudinal x100

Figure 3. Z4 CNDT 17.13.

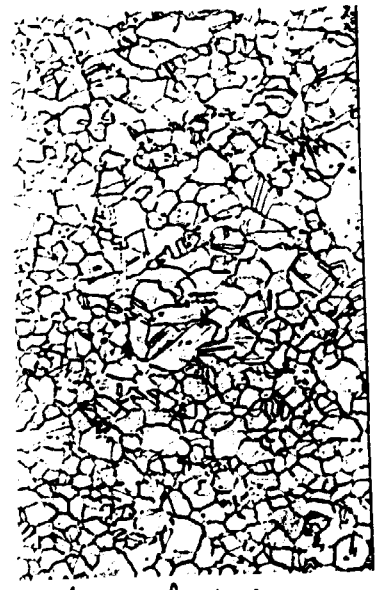
Tube ayant subi un coupage, puis plusieurs passes d'écrouissage, suivi d'une superchauffe à 1100° pendant 5 minutes.



x200 fig 4.1



x100 fig 4.2



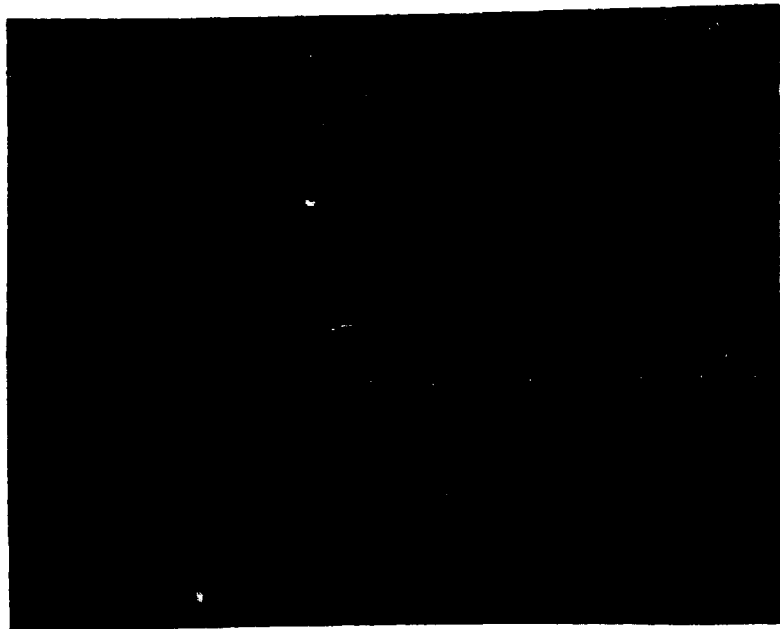
x200 fig 4.3

Alliage Z2 CN 25.20.

fig 4.1 - tube ayant subi un coupage, plusieurs passes d'écrouissage suivi d'une superchauffe à 1050°C pendant 5 minutes

fig 4.2 - tube ayant subi le schéma 4.1, suivi d'un traitement de 1 heure à 1250°C

fig 4.3 - tube ayant subi le schéma 4.1 et 4.2, suivi d'une passe d'écrouissage et d'une superchauffe à 1050°C pendant 5 minutes



vue longitudinale

x200

Figure 5. Mise en évidence de l'hétérogénéité
de la taille de grain avec le veinage
Alliage 24 CNDT 15.13.

Fig 6. Evolution de la dureté en fonction de la température d'hypertroupe, pour deux températures de détente maint. isalable
Alliage Z4CND 17-13

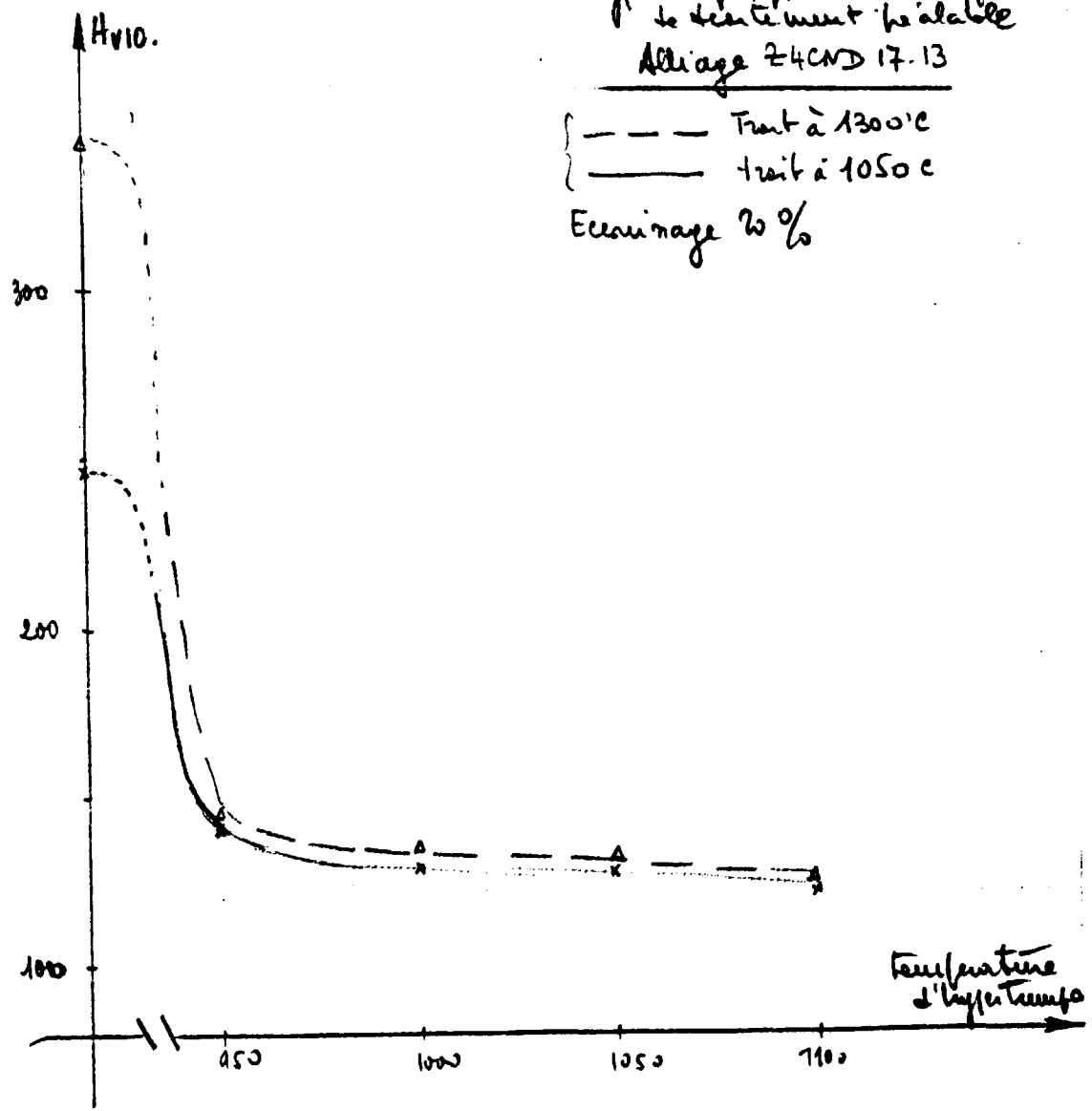


Fig 7. Evolution de la dureté
 en fonction de la température
 d'hypertrémp, pour deux
 températures de traitement préalable

Alliage Z4CNDT1713

{ — — — trait à 1300°C
 { — — — trait à 1100°C

Ecurinage 20%

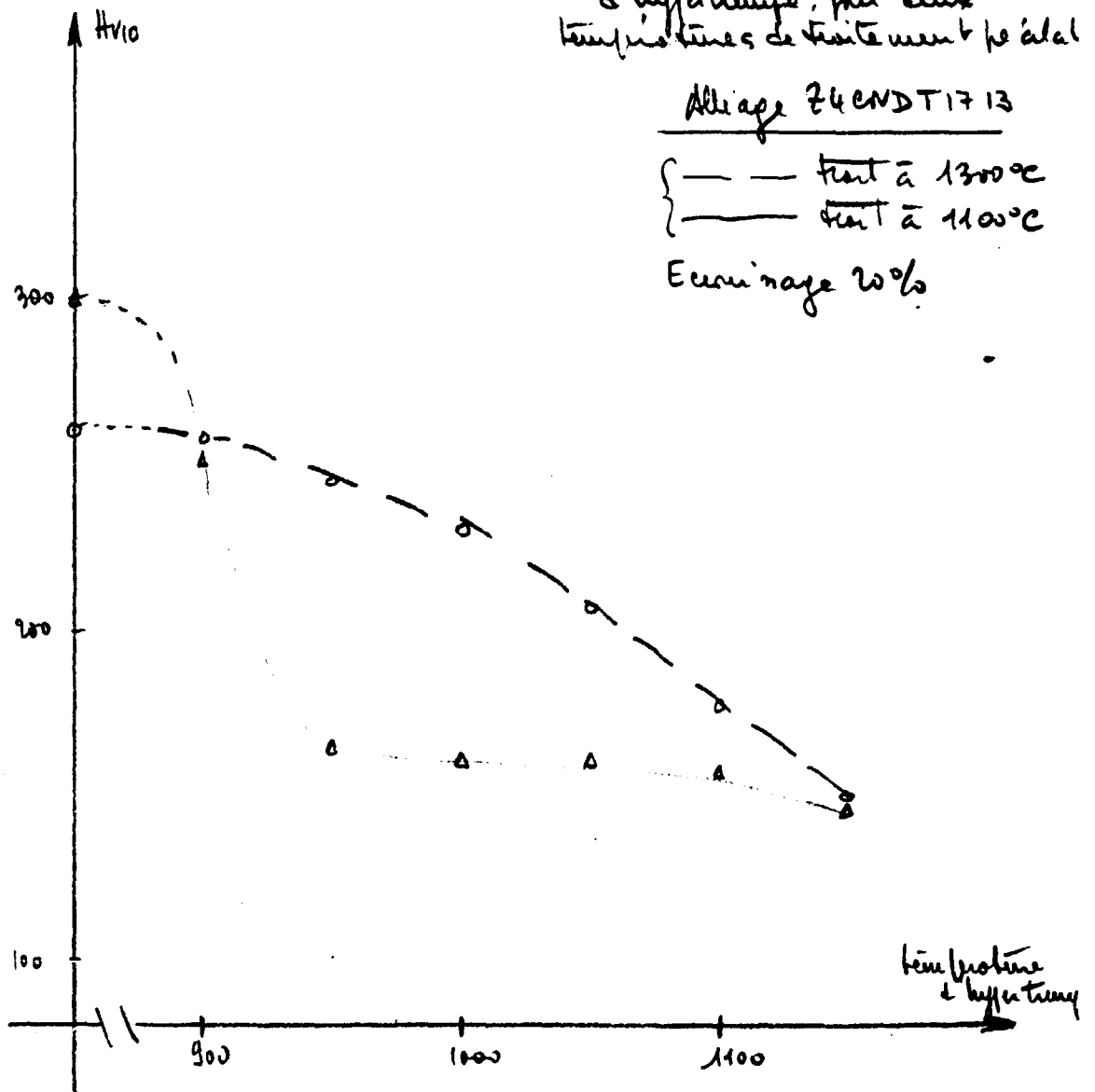


Fig 8. Evolution de la dureté en fonction de la température et du temps pour deux bains isothermes de traitement isotherme.

Alliage 210. CVD 1515 B

- { — — — trait à 1300°C
 - — — — trait à 1100°C

- Essai à 20%

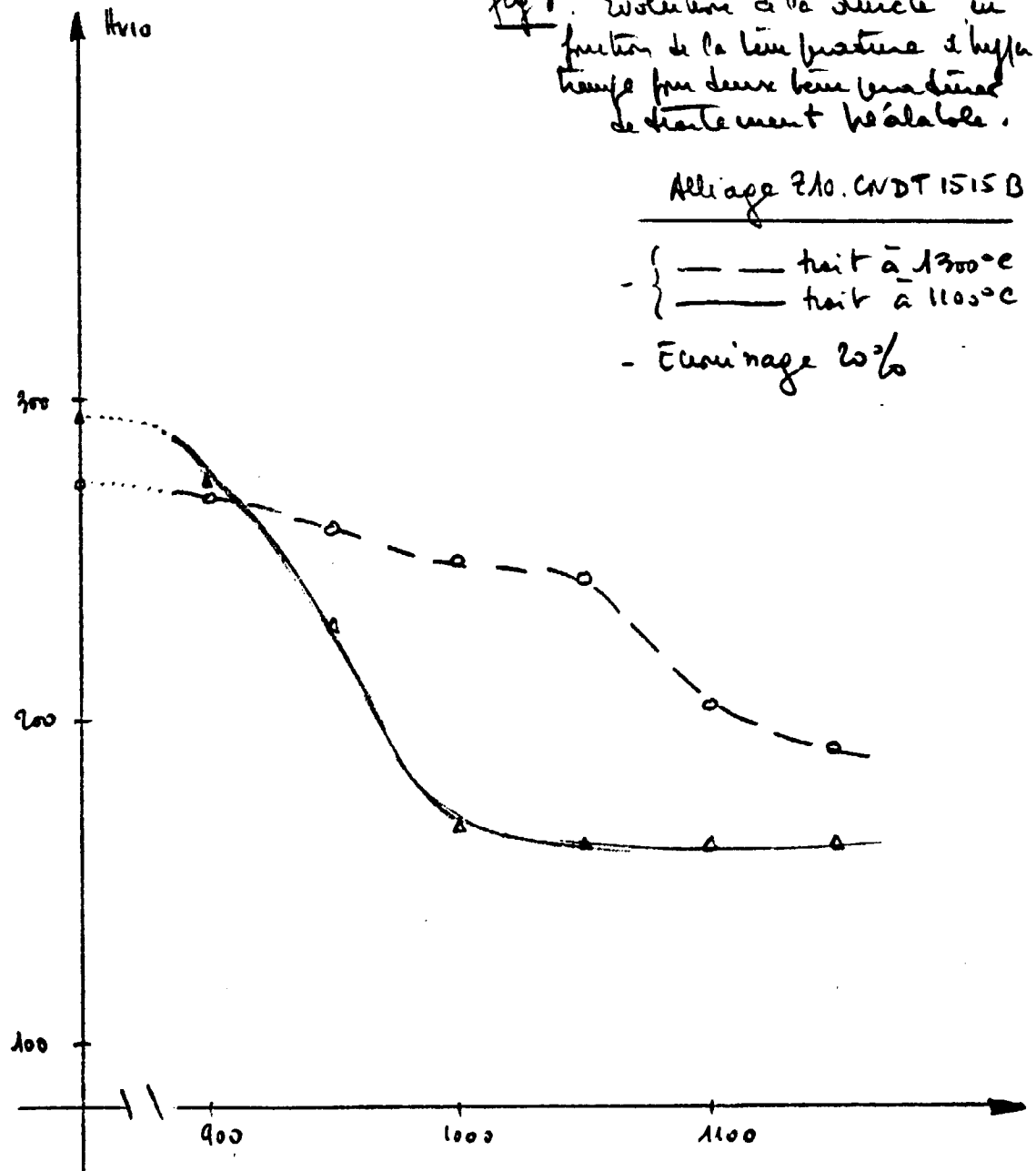
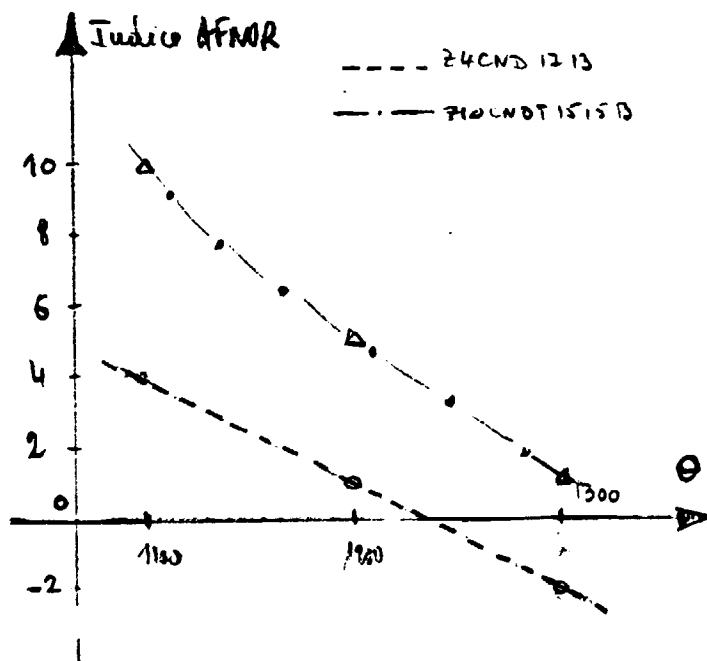
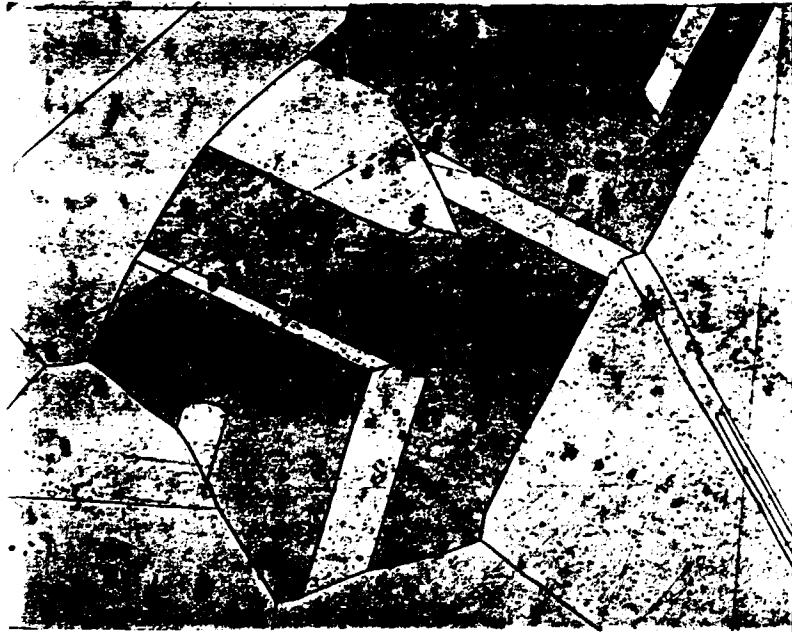


fig 9 Evolution de la taille
 des grains en fonction
 de la température de
 traitement.





x100

Figure 10.

Alliage 24% Ni 12% B, traité à 1300°C



Figure 11

Alliage 20% Ni 10% B, traité à 1300°C

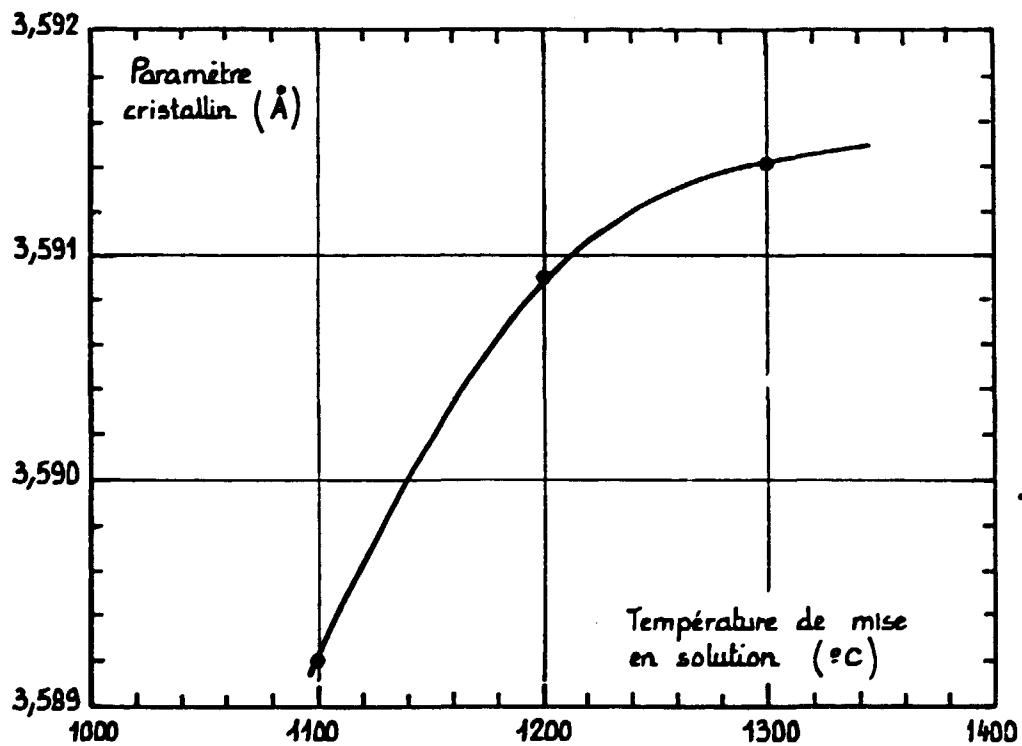


fig 12 - Evolution du paramètre cristallin en fonction de la température de mise en solution.

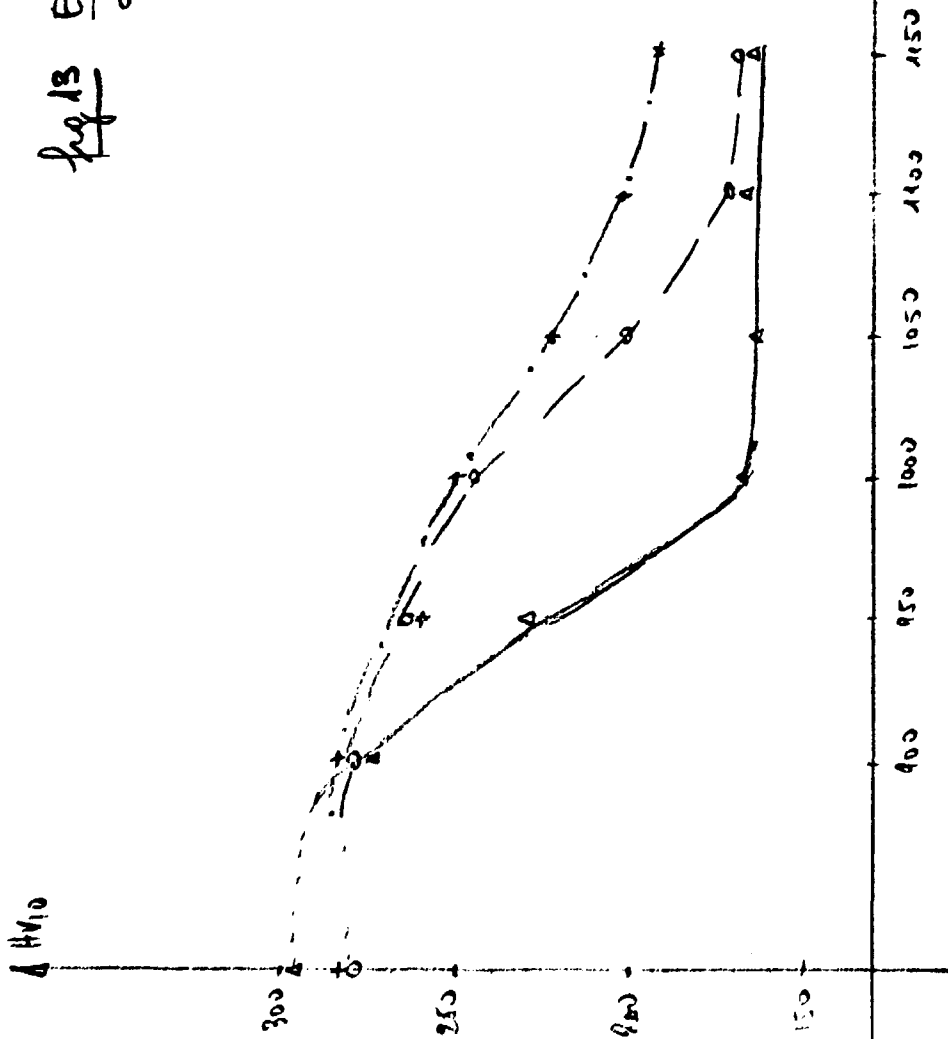
Fig 13 Evolution de la dureté en fonction
de la température d'usure
pour trois états de solubilisation.

Alliage Z10CNDT 15.15 B

température de solubilisation

- 1100°
- - - 1200°
- · - · 1300°

Ferritage avant usure : 10%



température d'usure

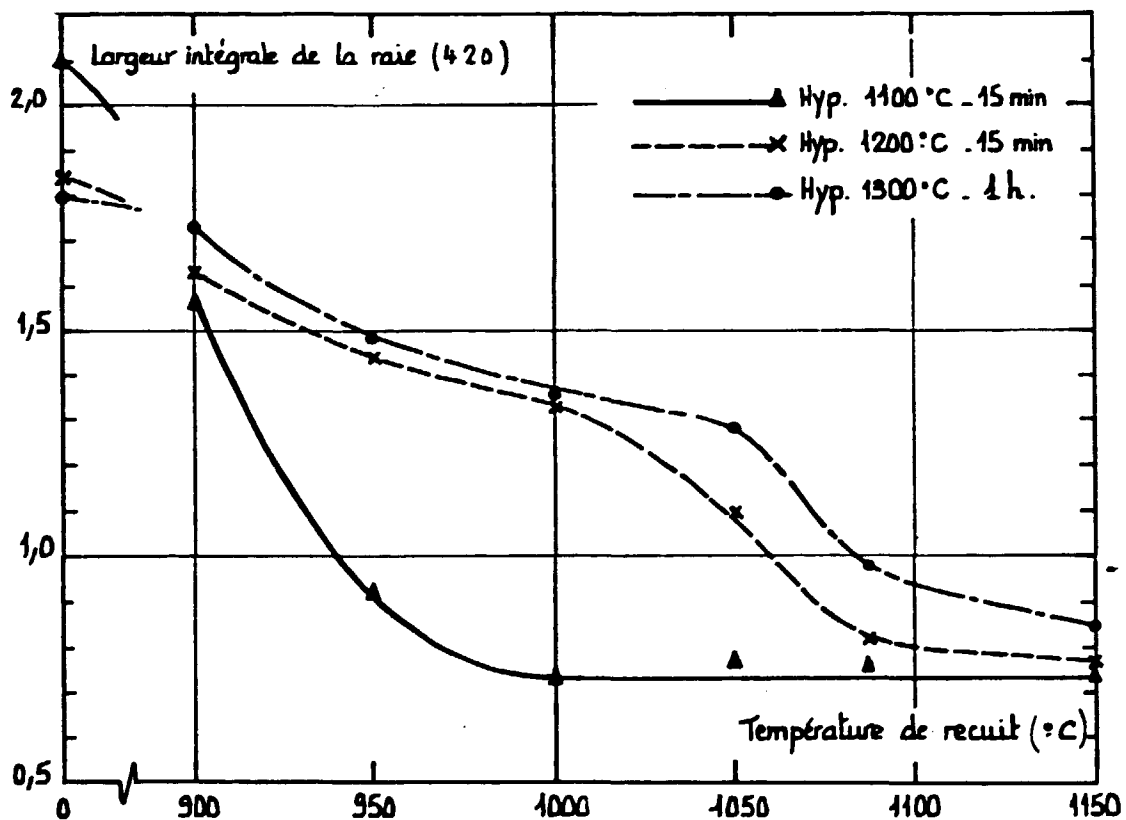


Fig 14. Evolution de la largeur de raie en fonction de la température d'hypothermie pour trois états de solubilisation.

Alliage 210 CNDT 15.15 B, environ 10%.

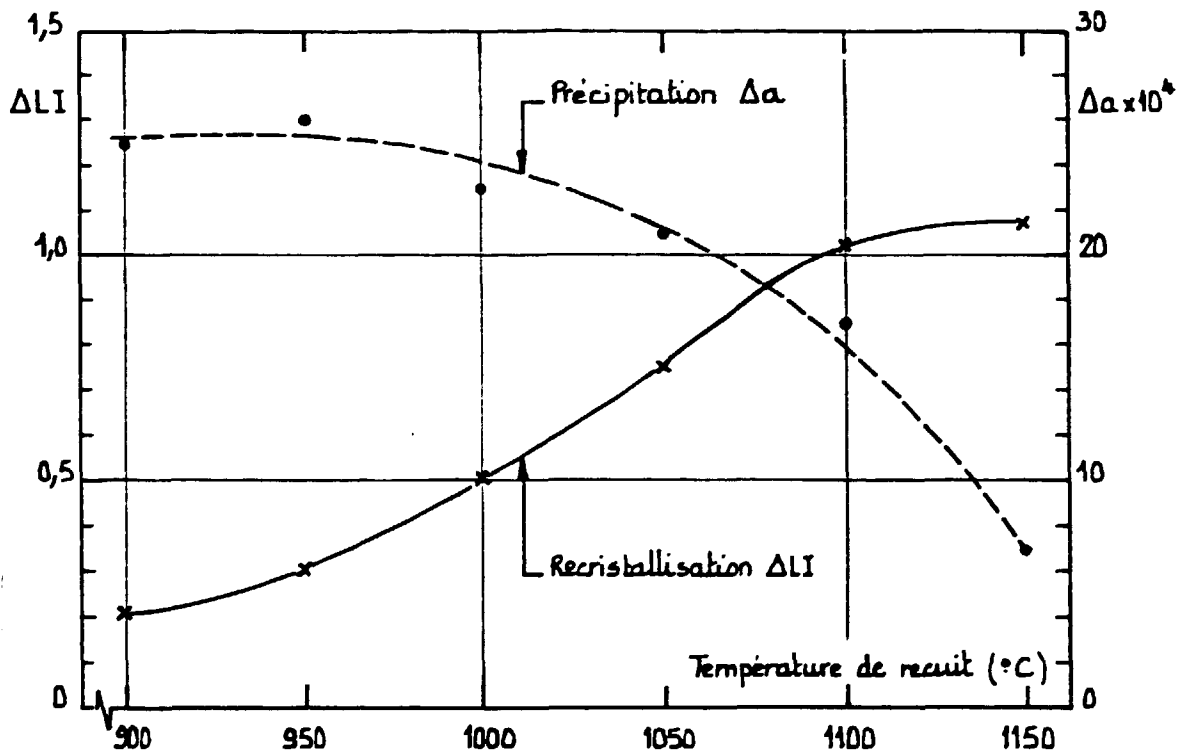


Fig 15 Correlation entre la précipitation (Δa) et la recristallisation (ΔLI) de l'alliage Z10CNDT 15.15 B, mis en solution à 1200°C et revenu à 20%

Fig 16 Evolution de la dureté en fonction de la température d'oxygénation pour un état de précipitation.

Alliage FLOEMDT 1515 B

Température de solidification: 1100
 1200
 1300
 Essaiage avant l'oxygénation: 400%

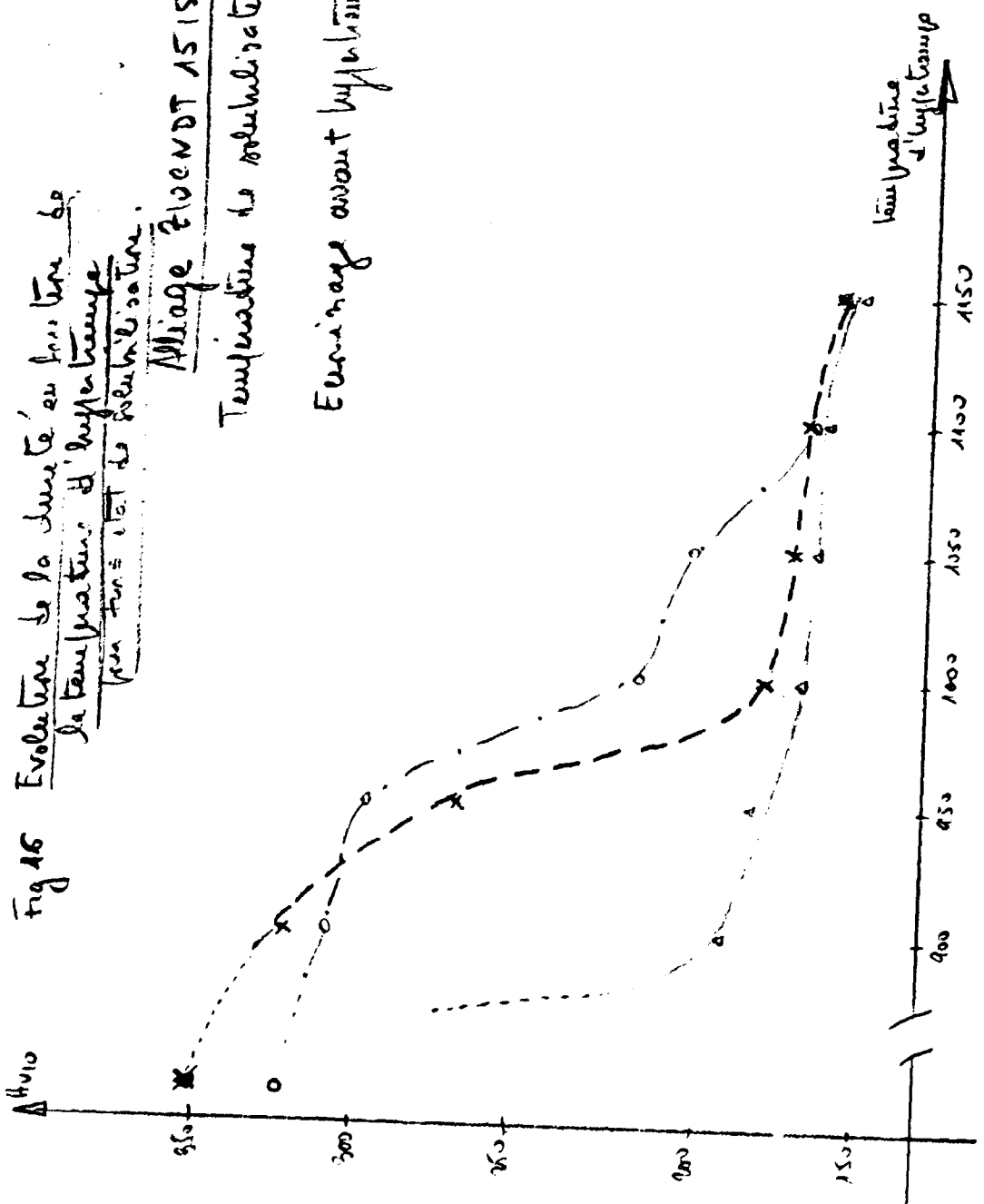


Fig. 17. Evolution de la densité en fonction
de la température de l'effluant
pour des états de saturation

Alliage Z10CNDT 15.15 B
- température de saturation --- 1400
--- 1200
--- 1300

- Elimination enant ---
- Elimination enant : 60% -

